

**POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA**



**URZĄD  
PATENTOWY  
PRL**

# **O P I S   P A T E N T O W Y   104580**

**Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_**

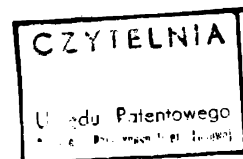
**Zgłoszono:** 25.08.75 (P.182911)

**Pierwszeństwo:** \_\_\_\_\_

**Zgłoszenie ogłoszono:** 14.03.77

**Opis patentowy opublikowano:** 31.01.1980

**Int. Cl<sup>2</sup>. C23G 5/02**



**Twórcy wynalazku:** Jan Przyłuski, Jerzy Bieliński, Alicja Bielińska,  
Miroslaw Pietrzak, Stanisław Gondek  
**Uprawniony z patentu:** Naukowo-Produkcyjne Centrum Półprzewodników,  
Warszawa (Polska)

## **Sposób usuwania pokryw ze złota i jego stopów**

Przedmiotem wynalazku jest sposób usuwania pokryw ze złota i jego stopów znajdujących się na przedmiotach wykonanych z różnych materiałów, takich jak ceramika, tworzywa sztuczne, a zwłaszcza z metali. Pokrycia ze złota i jego stopów posiadają znane właściwości zdobnicze, a ze względu na wysoką odporność na korozję oraz bardzo dobre przewodnictwo elektryczne są stosowane coraz szerzej w elektronice, automatyce itp.

W produkcji przyrządów półprzewodnikowych, zwłaszcza krzemowych, pokrycia ze złota i jego stopów umożliwiają montaż tych przyrządów. Usuwanie pokryw wykonanych ze złota i jego stopów jest konieczne, jeżeli ich jakość jest zła lub przedmiot został pokryty w sposób nieprawidłowy, albo wynika to z innych warunków stosowania tego rodzaju pokryw.

Znane powszechnie sposoby rozpuszczania złota i jego stopów wodą królewską oraz roztworami cyjanków z dodatkiem nadtlenu wodoru nie są dostatecznie selektywne i prowadzą do częściowego zniszczenia materiału podłoża, szczególnie metali.

Selektywne działanie wykazuje inny znany sposób usuwania warstw złota według opisu patentowego Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 3242090, w którym stosuje się roztwór wodny mieszaniny cyjanków w postaci swobodnej lub skompleksowanej (np.  $\text{NaCN}$ ,  $\text{Na}_2 [\text{Zn}(\text{CN})_4]$ ), oraz utleniaczy, przeważnie związków organicznych typu nitrozwiązków aromatycznych. Wadą tych roztworów do usuwania złota wg znanego sposobu jest mała szybkość rozpuszczania złota jeżeli jego powierzchnia jest zanieczyszczona, co jest powszechnie spotykane, (np. zatłuszczona lub pokryta pasywną warstewką związków nieorganicznych) oraz, że są one przeznaczone do rozpuszczania tylko czystego złota.

Celem wynalazku jest znalezienie takiego sposobu usuwania pokryw wykonanych ze złota i jego stopów, który może być stosowany nie tylko do złota, ale i jego stopów np. z Ag, Sb, Ni, Co itp. oraz gwarantujący ich szybkie usunięcie również jeżeli ich powierzchnia jest zanieczyszczona substancjami organicznymi (np. tłuszczami) lub nieorganicznymi. Cel ten osiągnięto przez zastosowanie w składzie kąpieli roztwarzającej pokrycia ze złota i jego stopów, substancji katalizujących reakcje rozpuszczania oraz substancji powierzchniowo-czynnych ułatwiających zwilżanie powierzchni metalu przez ciecz, których wspólne działanie polega na usuwaniu i wiązaniu zanieczyszczeń znajdujących się na powierzchni pokrycia oraz w pokryciu.

Według wynalazku przedmiot pokryty warstwą złota lub jego stopów zanurza się do roztworu sporządzonego przez rozpuszczenie w wodzie związków utleniających złoto typu nitrozwiązków aromatycznych takich jak nitrobenzenosulfoniany, nitrobenzenoesany, nitrofenole, nitrobenzaldehydy, w ilości 1–50 g/l, związków cyankowych rozpuszczających złoto, w ilości 5–100 g/l, odpowiednich wodorotlenków sodowego lub potasowego lub amonowego w ilości 1–20 g/l oraz substancji przyspieszających rozpuszczanie, zwłaszcza soli alkalicznych hydroksykwasów alifatycznych (np. kwasu cytrynowego lub winowego lub glukorowego lub jabłkowego, lub glikolowego lub mlekowego) w ilości 5–50 g/l i substancji powierzchniowo-czynnych takich jak laurylosiarczan sodowy lub pochodne polietoxyfenolu, (np. alfenol lub rokafenol) w ilości 0,05–0,50 g/l. Temperatura roztworu w czasie odzłacania wynosi 50–100°C.

Dla przedmiotów metalowych, pokrytych złotem lub jego stopami istnieje możliwość precyzyjnej kontroli procesu odzłacania metodą pomiaru siły elektromotorycznej ogniwa złożonego z odzłacanego przedmiotu i nasyconej elektrody kalomelowej, przy czym koniec odzłacania ustala się, gdy siła elektromotoryczna ogniwa osiąga stałą wartość.

Zaletą sposobu według wynalazku jest duża szybkość usuwania pokryw, która – bez względu na stopień zanieczyszczenia powierzchni pokrycia i jego skład, w przypadku stopu wynosi powyżej 0,4  $\mu\text{m}/\text{minutę}$ , jak również możliwość dokonywania ponownych operacji złocenia lub nanoszenia innych pokryw metalicznych na odzłoczone podłoże.

Poniższe przykłady bliżej wyjaśniają sposób według wynalazku, nie ograniczając jego zakresu.

**P r z y k ł a d I.** W pojemniku szklanym lub z polichlorku winylu umieszcza się 42,5 g związku zawierającego 41,83% wagowych  $\text{CN}^-$ , 40 g nitrozwiązku organicznego zawierającego 8,38% wagowych N, 20 g cytrynianu trójpotasowego, 0,2 g alfenolu oraz dodaje się 7,5 g wodorotlenku potasowego i uzupełnia się wodą destylowaną tak, aby objętość roztworu wynosiła 1 l, po czym mieszając ogrzewa się zawartość pojemnika do temperatury 80°C. Następnie do tak przygotowanego roztworu zanurza się płytkę kowarową pokrytą warstwą złota o grubości 2  $\mu\text{m}$  oraz nasyconą elektrodę i podłącza obie elektrody do miernika napięcia typu kompensacyjnego. Koniec procesu odzłacania stwierdza się na drodze obserwacji optycznej lub przez ustalenie się wartości SEM ogniwa pomiarowego. Po odzłoceniu płytkę zanurza się na 1 minutę do roztworu 10%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  o temperaturze 60°C, a następnie płucze wodą destylowaną, po czym może być prowadzone ponowne złocenie lub pokrycie innymi metalami.

**P r z y k ł a d II.** W pojemniku szklanym lub ze stali kwasoodpornej umieszcza się 75 g związku zawierającego 53,06% wagowych  $\text{CN}^-$ , 10 g nitrozwiązku organicznego zawierającego 10,07% wagowych N, 5 g winianu dwuamonowego, 0,3 g laurylosiarczanu sodowego oraz dodaje się 10 g wodorotlenku sodowego i uzupełnia wodą destylowaną tak, aby objętość roztworu wynosiła 1 l, po czym mieszając ogrzewa się zawartość pojemnika do temperatury 90°C. Następnie do tak przygotowanego roztworu zanurza się płytkę szklaną pokrytą warstwą złota o grubości 0,5  $\mu\text{m}$ . Koniec procesu odzłacania stwierdza się na drodze obserwacji optycznej.

**P r z y k ł a d III.** W pojemniku szklanym lub z polichlorku winylu umieszcza się 50 g związku zawierającego 53,06% wagowych  $\text{CN}^-$ , 15 g nitrozwiązku organicznego zawierającego 13,2% wagowych N, 15 g wodorotlenku sodowego, 35 g glukonianu sodowego oraz 0,3 g alfenolu i dodaje się wody destylowanej tak, aby objętość roztworu wynosiła 1 l, po czym mieszając ogrzewa się zawartość pojemnika do temperatury 60°C. Następnie do tak przygotowanego roztworu zanurza się płytkę z tworzywa ABS, pokrytą warstwą stopu Au–Ag o zawartości 5,5% wagowych Ag i grubości 1,5  $\mu\text{m}$ . Po zakończeniu procesu odzłacania stwierdzonego na drodze obserwacji optycznej płytkę płucze się wodą destylowaną, a następnie suszy, po czym może być prowadzone ponowne złocenie lub pokrycie innymi metalami.

**P r z y k ł a d IV.** W pojemniku szklanym lub ze stali kwasoodpornej umieszcza się 30 g związku zawierającego 41,73% wagowych  $\text{CN}^-$ , 30 g nitrozwiązku organicznego zawierającego 6,9% wagowych N, 20 g wodorotlenku potasowego, 10 g kwasu cytrynowego oraz 0,2 g laurylosiarczanu sodowego i dodaje wody destylowanej tak, aby objętość roztworu wynosiła 1 l, po czym mieszając, ogrzewa się zawartość pojemnika do temperatury 70°C. Następnie do tak przygotowanego roztworu zanurza się siatkę miedzianą pokrytą stopem Au–Ni o zawartości 0,5% wagowych niklu i grubości 5  $\mu\text{m}$  oraz nasyconą elektrodę kalomelową i podłącza obie elektrody do miernika napięcia typu kompensacyjnego. Koniec odzłacania stwierdza się na drodze obserwacji optycznej lub przez ustalenie się wartości SEM ogniwa pomiarowego. Siatkę po odzłoceniu zanurza się na 2,5 minuty do roztworu 17%  $\text{HCl}$  o temperaturze 45°C, a następnie płucze wodą destylowaną, po czym może być prowadzone ponowne złocenie lub pokrycie innymi metalami lub stopami.

**P r z y k ł a d V.** W pojemniku szklanym lub metalowym z wykładziną polichlorku winylu umieszcza się 47,5 g związku zawierającego 48,96% wagowych  $\text{CN}^-$ , 50 g nitrozwiązku zawierającego 6,22% wagowych N, 5 g wodorotlenku sodowego, 15 g glukonianu sodowego, 0,25 g alfenolu oraz 0,05 g laurylosiarczanu sodowego

i dodaje wody destylowanej tak, aby objętość roztworu wynosiła 1 l, po czym mieszając, ogrzewa się zawartość pojemnika do temperatury 70°C. Następnie do tak przygotowanego roztworu zanurza się pręt nikłowy pokryty stopem Au-Co o zawartości 0,1% wagowych kobaltu i grubości 3 µm oraz nasyconą elektrodę kalomelową i podłącza obie elektrody do miernika napięcia typu kompensacyjnego. Koniec odzłacania stwierdza się na drodze obserwacji optycznej lub przez ustalenie się wartości SEM ogniwa pomiarowego. Pręt po odzłoceniu zanurza się na 1,5 minuty do roztworu 15% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o temperaturze 50°C, a następnie płucze wodą destylowaną, po czym może być prowadzone ponowne złocenie lub pokrycie innymi metalami lub stopami.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób usuwania pokryć ze złota i jego stopów, znajdujących się na przedmiotach wykonanych z różnych materiałów, a zwłaszcza z metali, polegający na tym, że przedmioty te zanurza się w kąpeli roztwarzającej złoto i jego stopy, będącej roztworem wodnym o temperaturze 50–100°C zawierającym związki cyjankowe rozpuszczające złoto, w ilości 5–100 g/l, związki utleniające złoto typu nitrozwiązków aromatycznych w ilości 1–50 g/l oraz odpowiednie wodorotlenki sodowy lub potasowy, lub amonowy w ilości 1–20 g/l, z n a m i e n n y t y m , że stosuje się kąpiel roztwarzającą zawierającą substancje katalizujące reakcję rozpuszczania złota i jego stopów w ilości 5–50 g/l oraz substancje powierzchniowo-czynne w ilości 0,05–0,5 g/l.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że jako substancje katalizujące reakcję rozpuszczania złota i jego stopów stosuje się hydroksykwasy alifatyczne takie, jak cytrynowy, winowy, glukonowy, jabłkowy, glikolowy, mlekowy lub sole alkaliczne tych kwasów.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że jako związki powierzchniowo-czynne stosuje się pochodne polietoksyfenolu, laurylosiarczan sodowy i ich mieszaniny.